

MOISTURE CURABLE TYPE HOT MELT ADHESIVE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

Publication number: JP2003105303
Publication date: 2003-04-09
Inventor: SASAKI SHINGO; YOKOYAMA AKIRA
Applicant: DIABOND INDUSTRY CO LTD
Classification:
- international: C09J171/02; C09J183/04; C09J201/00; C09J171/00;
C09J183/00; C09J201/00; (IPC1-7): C09J171/02;
C09J183/04; C09J201/00
- european:
Application number: JP20010337068 20010928
Priority number(s): JP20010337068 20010928

Report a data error here

Abstract of JP2003105303

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a moisture curable type hot melt adhesive capable of being applied on an adherend at ≤ 100 deg.C low temperature, and developing a sufficient structural strength after its moisture cure. **SOLUTION:** This moisture curable type hot melt adhesive contains a composition obtained by dissolving or dispersing 100-500 pts.mass adhesion-imparting resin dissolvable or dispersible in an alkylalkoxysilyl group-containing polyoxyalkylene at 100-200 deg.C based on 100 pts.mass liquid state alkylalkoxysilyl group-containing polyoxypropylene, as a main component.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-105303

(P2003-105303A)

(43) 公開日 平成15年4月9日 (2003. 4. 9)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | ノート* (参考) |
|---------------------------|------|----------------|-----------|
| C 0 9 J 171/02 | | C 0 9 J 171/02 | 4 J 0 4 0 |
| 183/04 | | 183/04 | |
| 201/00 | | 201/00 | |

審査請求 未請求 請求項の数 2 書面 (全 5 頁)

| | | | |
|-----------|------------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2001-337068 (P2001-337068) | (71) 出願人 | 591158690 ダイアボンド工業株式会社 東京都台東区東上野 3-15-5 (曾我ビル) |
| (22) 出願日 | 平成13年9月28日 (2001. 9. 28) | (72) 発明者 | 佐佐木 新吾 神奈川県愛甲郡愛川町中津4085 ダイアボンド工業 株式会社厚木工場内 |
| | | (72) 発明者 | 横山 曉良 神奈川県愛甲郡愛川町中津4085 ダイアボンド工業 株式会社厚木工場内 |
| | | (74) 代理人 | 100067921 弁理士 大島 道男 |
| | | 最終頁に続く | |

(54) 【発明の名称】 湿気硬化形ホットメルト接着剤およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 湿気硬化形ホットメルト接着剤であって、100℃以下の低い温度で被着体への塗布が可能であり、湿気硬化後には十分な構造強度を発現する湿気硬化形ホットメルト接着剤を提供する。

【解決手段】 液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシプロピレン100質量部あたり、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂100～500質量部を100～200℃の温度で溶解または分散してなる組成物を主成分とする湿気硬化形ホットメルト接着剤を提案した。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたり、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂100～500質量部を配合してなる組成物を主成分とする湿気硬化形ホットメルト接着剤。

【請求項2】 液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたり、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂100～500質量部を100～200℃で水分を除去しつつ溶解または分散することを特徴とする湿気硬化形ホットメルト接着剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリオレフィン系の被着体に対しても高い接着性と硬化後に耐熱性を有する湿気硬化性のホットメルト接着剤およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】湿気硬化形ホットメルト接着剤は、自動車関連、建材、木工家具等の分野に有機溶剤を使用しない耐熱性に優れた接着剤として広く使用されている。また、ポリオレフィン型ジオールとジイソシアネートとの反応により得られる両末端にイソシアネート基を有するウレタンプレポリマーとこのウレタンプレポリマーと反応せずかつ相溶性のある粘着付与剤を配合してなる反応ホットメルト型接着剤組成物が特開平3-111475号公報で従来公知である。

【0003】しかし、かかる湿気硬化形ホットメルト接着剤は、塗工貼り合わせ直後には接着力を発現しないか、相対的に低い接着力に留まる欠点がある。また、ポリオレフィン系材料に対して硬化後も優れた接着性を示す湿気硬化形接着剤はまだないのが現状である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、塗工貼り合わせ直後に仮止機能を有するに充分な初期接着力を示し、経時においては硬化反応が充分に進行することにより構造用接着剤としての充分な接着強度を発現するとともに、塗工貼り合わせ直後ばかりでなく硬化後においてもポリプロピレン等のポリオレフィン系材料にも良好な接着性を発現する湿気硬化形ホットメルト接着剤およびその製造方法の提供を目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、かかる目的を達成するものであって、液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたり、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂100

～500質量部を配合してなる組成物を主成分とする湿気硬化形ホットメルト接着剤、および液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたり、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂100～500質量部を100～200℃で水分除去しつつ溶解または分散することを特徴とする湿気硬化形ホットメルト接着剤の製造方法である。

【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明について具体的に説明する。本発明で使用する液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンは、アルキルジアルコキシシリル基を含有する液状のポリオキシアルキレンであって、メチルジメトキシシリル基含有のポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレン、ポリテトラメチレングリコールなどや、エチルジエトキシシリル基含有のポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレン、ポリテトラメチレングリコールなどを挙げることができる。

【0007】液状のアルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンとしては、ポリオキシアルキレンの両末端にアルキルジアルコキシシリル基を含有するものが望ましく、数平均分子量が1,000～30,000程度のものが望ましい。

【0008】本発明で使用する粘着付与樹脂は、前記アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンに溶解または安定して分散可能な粘着付与樹脂であって、石油樹脂、水添石油樹脂、水添石油樹脂のモノまたはジアルコール、ロジン樹脂、水添ロジン樹脂、水添ロジン樹脂のモノまたはジアルコール、ロジンエステル樹脂、テルペン樹脂、テルペンフェノール樹脂、クマロンインデン樹脂等の粘着付与剤の一種または2種以上であり、これらを主体にして相溶またはミクロに分散する範囲でスチレン・イソブレン・スチレン樹脂、スチレン・ブタジエン・スチレン樹脂、水添スチレン・イソブレン・スチレン樹脂、水添スチレン・ブタジエン・スチレン樹脂、イソブレンゴム、水添イソブレンゴム、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等を併用することができる。

【0009】本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤は、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたり100～500質量部の粘着付与剤を配合することにより得られる。

【0010】アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部あたりの粘着付与剤の量が100質量部未満では、接着剤層の凝集力が不足し、常態でも充分な接着強度が発現しない。他方、500質量部を超えると、接着剤層の低温下での脆性が悪くなる。

【0011】本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤は、前記アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシプロピレンと前記粘着付与剤とを100～200℃の温度で原料中に存在する水分を除去しながら溶解または分

散混合を行なうことにより製造することができる。なお、水分の除去は、100℃以上の温度で加熱、攪拌して行うことができるが、特に窒素ガス、炭酸ガス等の不活性ガスの流通状態または減圧下で行うことが望ましい。前者の場合には、接着剤の酸化劣化の排除効果も奏することができる。不活性ガスを流通しながら減圧下で行っても勿論さしつかえない。

【0012】100℃未満の温度で混合する場合には、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシプロピレンと粘着付与剤等との溶解または分散混合に長時間を要するばかりでなく、減圧下でも水分の除去が不十分になることがある。他方、200℃を越える高い温度で混合する場合には、溶解または分散は容易になるが、溶解混合物の熱分解が顕著になり、ゲル化により流動性を損なう懸念もある。

【0013】本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤には、接着性能や熔融時の流動特性の改善のために、シリカ、カオリン、タルク、炭酸カルシウム等のフィラーやフタル酸系可塑剤、アジピン酸系可塑剤、磷酸系可塑剤、液状ゴム、プロセスオイル、エクステンダーオイル等を添加することができる。

【0014】また、本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤には、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレンの硬化を促進するために、ジブチルチンジラウレート、ジブチルチンマレート、ジブチルチンジアセテート、ジブチルチンアセチルアセトナート等の有機錫化合物、テトラブチルチタネート、テトラプロピルチタネート等の有機チタン化合物、アルミニウムトリアセチルアセトナート、アルミニウムトリエチルアセトナート、ジイソプロポキシアルミニウムエチルアセトナート等の有機アルミニウム化合物等の有機金属化合物を硬化触媒として添加することができ、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部に対し0.1～5質量部を使用することが望ましい。

【0015】さらに、本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤には、接着性、貯蔵安定性を改良するために、ビニルトリメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルジメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン等のシランカップリング剤を添加することができ、アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン100質量部に対し0.1～10質量部を合わせて使用することが望ましい。

【0016】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明する。なお、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤の性能は次の方法で測定した。

【0017】1. 熔融粘度

得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤の熔融粘度をブ

ルックフィールド粘度計を用いて80℃で測定した。

【0018】2. 常態強度、耐熱強度

(1). 鉄板とキャンバス間の接着強度

得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を300ccのアルミ製カートリッジに充填して100℃に加熱し、サンツール社製カートリッジガンETR-100/Dを用いて2mmの鉄板の上に25mm幅で約100μmの厚みに塗布し、その上に9号キャンバスを張り合わせて59kPaの圧力で10秒間圧締し、24時間室温で養生して試験体を作成し、これを用いて室温で引張り速度5m/分での剥離強度(単位: N/25mm)を測定し、常態強度として表示した。なお、同様にして80℃の雰囲気中でも測定した値を耐熱強度として表示した。

(2). PP(ポリプロピレン)板とキャンバス間の接着強度

鉄板(厚さ2mm)に代えてPP板(厚さ2mm)を使用した以外は、上記と同様にして試験体を作成し、測定した。

【0019】3. 耐寒性

前記の試験体(鉄板/接着剤/キャンバスまたはPP板/接着剤/キャンバス)をマイナス30℃で24時間エージングした後、鉄板またはPP板面上に直径15mmの硬球を1.5mの高さから落下させ、各接着剤層のダメージを観察した。

○: 接着剤層へのダメージがなく、安定した接着を維持している。

△: 接着剤層にクラックは認められるが、接着は維持されている。

×: 接着剤層は破壊され、被着体間に剥離が認められる。

【0020】実施例1～3および参考例1, 2

アルキルジアルコキシシリル基含有ポリオキシアルキレン(POA)としてSAT350(鐘淵化学工業社製、設計数平均分子量9,000)100質量部、粘着付与剤としてKE-601(荒川化学工業社製水添ロジジオール)を表1に示す量でセパラルフラスコに採り、150℃で窒素ガスを流通して水分を除去しながら1時間、加熱、攪拌して組成物を調製した。続いて、窒素ガスを流通したまま80℃まで冷却した後、硬化触媒としてジブチルチンジアセテート2質量部、シランカップリング剤としてビニルトリメトキシシラン2質量部およびγ-アミノプロピルトリエトキシシラン3質量部(併せて5質量部)を配合して表1に示す熔融粘度の透明な湿気硬化形ホットメルト接着剤を調製した。この湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表2に示す優れた結果を得た。

【0021】

【表1】

| | 配合比 (質量部) | | | | 溶融粘度 mPa.s |
|-------|-----------|-------|------|-----|---------------|
| | POA | 粘着付与剤 | 硬化触媒 | 増粘剤 | |
| 実施例 1 | 100 | 150 | 2 | 5 | 1,950 |
| 実施例 2 | 100 | 250 | 2 | 5 | 4,370 |
| 実施例 3 | 100 | 350 | 2 | 5 | 8,120 |
| 比較例 1 | 100 | 50 | 2 | 5 | 750 |
| 比較例 2 | 100 | 650 | 2 | 5 | 31,980 |

【0022】

* * 【表2】

| 被着体 | 鉄板とキャンバス | | | PP板とキャンバス | | |
|-------|----------|------|-----|-----------|------|-----|
| | 常態強度 | 耐熱強度 | 耐寒性 | 常態強度 | 耐熱強度 | 耐寒性 |
| 実施例 1 | 31.2 | 9.4 | ○ | 11.9 | 6.2 | ○ |
| 実施例 2 | 47.2 | 24.7 | ○ | 34.8 | 12.2 | ○ |
| 実施例 3 | 59.0 | 29.6 | ○ | 44.3 | 17.5 | △ |
| 比較例 1 | 5.6 | 2.8 | △ | 4.5 | 2.6 | × |
| 比較例 2 | 48.8 | 21.3 | × | 30.4 | 16.2 | × |

【0023】実施例4

KE-601に代えてYS-2130（ヤスハラケミカル社製 テルペンフェノール樹脂）を用いた以外は、実施例2と同様にして、透明で溶融粘度19,400mPa.sの湿気硬化形ホットメルト接着剤を調製し、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表3に示す優れた結果を得た。

【0024】実施例5

KE-601に代えてKE-100（荒川化学工業社製 水添ロジン樹脂）を用いた以外は、実施例3と同様にして透明で溶融粘度9,300mPa.sの湿気硬化形ホットメルト接着剤を調製し、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表3に示す優れた結果を得た。

【0025】実施例6

* * 【表3】

| 被着体 | 鉄板とキャンバス | | | PP板とキャンバス | | |
|-------|----------|------|-----|-----------|------|-----|
| | 常態強度 | 耐熱強度 | 耐寒性 | 常態強度 | 耐熱強度 | 耐寒性 |
| 実施例 4 | 38.7 | 22.5 | ○ | 24.3 | 12.8 | ○ |
| 実施例 5 | 72.4 | 40.8 | ○ | 51.9 | 20.4 | ○ |
| 実施例 6 | 57.7 | 36.6 | ○ | 48.2 | 26.5 | ○ |
| 実施例 7 | 43.0 | 26.7 | ○ | 31.1 | 14.4 | ○ |
| 実施例 8 | 62.9 | 34.6 | ○ | 51.2 | 30.3 | ○ |

【0028】実施例8

KE-601 250質量部に代えて、KE-601 150質量部およびスチレン樹脂3100（理化ハキュレス社製）100質量部を用いた以外は、実施例2と同様にして溶融粘度5,580mPa.sの湿気硬化形ホ

※ KE-601に代えてネオポリマー120（日本石油化学社製 石油樹脂）を用いた以外は、実施例2と同様にして透明で溶融粘度7,320mPa.sの湿気硬化形ホットメルト接着剤を調製し、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表3に示す優れた結果を得た。

【0026】実施例7

KE-601に代えてKR-1840（荒川化学工業社製 水添石油樹脂ジオール）を用いた以外は、実施例2と同様にして、均一に白濁した溶融粘度3,800mPa.sの湿気硬化形ホットメルト接着剤を調製し、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表3に示す優れた結果を得た。

【0027】

ットメルト接着剤を調製し、得られた湿気硬化形ホットメルト接着剤を用いて表3に示す優れた結果を得た。

【0029】比較例3

SAT350へのKE-601の溶解温度を250℃とした以外は、実施例1と同様にして行ったが、1時間後

に著しく増粘して攪拌が困難となり中止した。

【0030】比較例4

SAT350へのKE-601の溶解を80℃で8時間、加熱攪拌した以外は、実施例1と同様に行なったが、表4に示すように溶融粘度1,860mPa・sの湿気硬化形ホットメルト接着剤が得られた。この接着剤について4時間後、8時間後、24時間後の80℃における溶融粘度を測定した結果を表4に示すが、水分が残*

* 存しているため、溶融粘度が大きく変動し、貯蔵安定性がないことがわかった。なお、参考のために各実施例で調製した湿気硬化形ホットメルト接着剤についても同様にして測定した結果を表4に示すが、溶融粘度の変化は少なかった。

【0031】

【表4】

| | 初期 | 4時間後 | 8時間後 | 24時間後 |
|------|--------|--------|--------|--------|
| 比較例4 | 1,860 | 4,740 | 8,550 | 38,600 |
| 実施例1 | 1,950 | 1,960 | 2,000 | 2,010 |
| 実施例2 | 4,370 | 4,340 | 4,380 | 4,380 |
| 実施例3 | 8,120 | 8,150 | 8,200 | 8,220 |
| 実施例4 | 19,400 | 19,900 | 20,200 | 20,250 |
| 実施例5 | 9,300 | 9,340 | 9,270 | 9,400 |
| 実施例6 | 7,320 | 7,310 | 7,400 | 7,390 |
| 実施例7 | 3,800 | 3,770 | 3,830 | 3,870 |
| 実施例8 | 5,580 | 5,550 | 5,610 | 5,640 |

【0032】

【発明の効果】本発明の湿気硬化形ホットメルト接着剤は、100℃以下の低い温度で容易に被着体に塗布して接着が可能であり、空気中の水分を吸収して硬化が進み*

※構造強度を発現するものである。加えてポリプロピレンのごときポリオレフィン材料に対しても良好な接着性を示すものである。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J040 BA202 DB052 DK012 DM012
DN032 DN072 EC002 EE051
EK111 GA31 JB01 JB04
KA25 KA26 LA06 LA08 MA11
NA12 NA16 PA30 PA34

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-105303

(43)Date of publication of application : 09.04.2003

(51)Int.Cl.

C09J171/02
C09J183/04
C09J201/00

(21)Application number : 2001-337068

(71)Applicant : DIABOND INDUSTRY CO LTD

(22)Date of filing : 28.09.2001

(72)Inventor : SASAKI SHINGO
YOKOYAMA AKIRA

(54) MOISTURE CURABLE TYPE HOT MELT ADHESIVE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a moisture curable type hot melt adhesive capable of being applied on an adherend at $\leq 100^{\circ}$ C low temperature, and developing a sufficient structural strength after its moisture cure.

SOLUTION: This moisture curable type hot melt adhesive contains a composition obtained by dissolving or dispersing 100-500 pts.mass adhesion-imparting resin dissolvable or dispersible in an alkylalkoxysilyl group-containing polyoxyalkylene at $100-200^{\circ}$ C based on 100 pts.mass liquid state alkylalkoxysilyl group-containing polyoxypropylene, as a main component.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP I are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Per liquefied alkyl dialkoxy silyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section, moisture hardening form hot melt adhesive which uses as a principal component the constituent which is dissolved or stabilized in alkyl dialkoxy silyl radical content polyoxyalkylene, and comes to blend the tackifier 100 which can be distributed - the 500 mass sections.

[Claim 2] The manufacture approach of the moisture hardening form hot melt adhesive characterized by being dissolved or stabilized per liquefied alkyl dialkoxy silyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section and in alkyl dialkoxy silyl radical content polyoxyalkylene, and dissolving or distributing the tackifier 100 which can be distributed - the 500 mass sections, removing moisture at 100-200 degrees C.

[Translation done.]

• NOTICES •

IPD and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the hot melt adhesive and its manufacture approach of a high adhesive property and the moisture hardenability which has thermal resistance after hardening also to the adherend of a polyolefine system.

[0002]

[Description of the Prior Art] Moisture hardening form hot melt adhesive is widely used as adhesives excellent in the thermal resistance which does not use an organic solvent for fields, such as automobile relation, building materials, and woodwork furniture. Moreover, the reaction hot melt adhesive constituent which comes to blend the tackifier which does not react to the both ends obtained by the reaction of polyolefine mold diol and diisocyanate with the urethane prepolymer which has an isocyanate radical, and this urethane prepolymer, and has compatibility is conventionally well-known at JP.3-111475A.

[0003] However, this moisture hardening form hot melt adhesive has the fault which does not discover adhesive strength immediately after coating lamination, or stops at low adhesive strength relatively. Moreover, the present condition is that there are still no moisture hardening form adhesives in which the adhesive property which was excellent also even in after hardening to the polyolefine system ingredient is shown.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention shows sufficient initial adhesive strength to have a tacking function immediately after coating lamination, and it aims at offer of the moisture hardening form hot melt adhesive which discovers a good adhesive property also into polyolefine system ingredients, such as polypropylene, not only immediately after coating lamination but after hardening, and its manufacture approach while it discovers sufficient bond strength as structural adhesive, when a hardening reaction fully advances in the passage of time.

[0005]

[Means for Solving the Problem] This invention is what attains this purpose. Per liquefied alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section. The moisture hardening form hot melt adhesive which uses as a principal component the constituent which is dissolved or stabilized in alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene, and comes to blend the tackifier 100 which can be distributed - the 500 mass sections. And per liquefied alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section. It is the manufacture approach of the moisture hardening form hot melt adhesive characterized by dissolving or distributing, being dissolved or stabilized in alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene, and carrying out moisture removal of the tackifier 100 which can be distributed - the 500 mass sections at 100-200 degrees C.

[0006]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained concretely. The liquefied alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene used by this invention is liquefied polyoxyalkylene containing an alkyl dialkoxysilyl radical, and can mention the polyoxysilylene of

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje

2006/09/21

form hot melt adhesive of this invention, and to double and use the 0.1-10 mass section for it to the alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section, in order to improve an adhesive property and storage stability.

[0016]

[Example] Hereafter, an example explains this invention still more concretely. In addition, the engine performance of the obtained moisture hardening form hot melt adhesive was measured by the following approach.

[0017] 1. the melt viscosity of melt viscosity prof. **** moisture hardening form hot melt adhesive was measured at 80 degrees C using the Brookfield viscometer.

[0018] 2. Fill Up 300 Cc Cartridge made from Aluminum with Moisture Hardening Form Hot Melt Adhesive, and Heat at 100 Degrees C. Adhesion between Ordinary State Reinforcement and Strength-in-High-Temperature (1). Griddle and Canvas - ***** - Having Had - It applies to the thickness of about 100 micrometers by 25mm width of face on a 2mm griddle using cartridge gun ETR-100 made from SANTSURU / D. Moreover No. 9 canvas was made to rival and it pressed for 10 seconds by the pressure of 59kPa(s), it was recuperated at the room temperature for 24 hours, and the specimen was created, and using this, the peel strength (unit: N/25mm) for 5m/ in tension rate was measured, and it expressed as the room temperature as ordinary state reinforcement. In addition, the value similarly measured in the 80-degree C ambient atmosphere was displayed as strength in high temperature.

(2) The specimen was created and measured like the above except having replaced with PP (polypropylene) plate and the bond strength griddle between canvas (2mm in thickness), and having used PP plate (2mm in thickness).

[0019] 3. After aging the specimen (a griddle / adhesives / canvas, or PP plate / adhesives / canvas) of the cold-resistant above at minus 30 degree C for 24 hours, the hard ball with a diameter of 15mm was dropped from height of 1.5m on the griddle or PP plate surface, and the damage of each adhesives layer was observed.

O : there is no damage to an adhesives layer and the stable adhesion is maintained.

** : Adhesion is maintained although a crack is accepted in an adhesives layer.

x : An adhesives layer is destroyed and exfoliation is accepted between adherends.

[0020] Having taken to the separable flask in the amount which shows the SAT350 (Kaneka Co., Ltd. make, design number average molecular weight 9,000) 100 mass section as examples 1-3 and the example 1 of reference, and 2 alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene (POA), and shows KE-601 (hydrogenation rosin diol by the Arakawa chemical-industry company) in Table 1 as a tackifier, having circulated nitrogen gas at 150 degrees C, and removing moisture, it heated and agitated and the constituent was prepared for 1 hour. Then, after cooling to 80 degrees C, circulating nitrogen gas, moisture hardening form hot melt adhesive with the transparent melting viscosity which blends the Djibouti rutin diacetate 2 mass section as a curing catalyst, blends the vinyltrimethoxysilane 2 mass section and the gamma-aminopropyl ethoxysilane 3 mass section (5 in all mass section) as a silane coupling agent, and is shown in Table 1 was prepared. The result shown in Table 2 using this moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained.

[0021]

[Table 1]

| | 配合比 (質量部) | | | | 粘度 (mPa.s) |
|-------|-----------|-------|-----|-----|------------|
| | POA | 粘着付着剤 | 硬化剤 | 増粘剤 | |
| 実施例 1 | 100 | 150 | 2 | 5 | 1,950 |
| 実施例 2 | 100 | 250 | 2 | 5 | 4,370 |
| 実施例 3 | 100 | 350 | 2 | 5 | 8,120 |
| 比較例 1 | 100 | 50 | 2 | 5 | 750 |
| 比較例 2 | 100 | 650 | 2 | 5 | 31,980 |

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje

2006/09/21

methyl dimethoxy silyl radical content, polyoxypropylene, a polytetramethylene glycol, etc. the polyoxysilylene of ethyldiethoxy silyl radical content, polyoxypropylene, a polytetramethylene glycol, etc.

[0007] As liquefied alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene, what contains an alkyl dialkoxysilyl radical in the both ends of polyoxyalkylene is desirable, and that whose number average molecular weight is 1,000 to about 30,000 is desirable.

[0008] The tackifier used by this invention is dissolved or stabilized in said alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene, and is a tackifier which can be distributed. Monochrome or diachol of petroleum resin, hydrogenation petroleum resin, and hydrogenation petroleum resin, Monochrome or diachol of rosin resin, hydrogenation rosin resin, and hydrogenation rosin resin. They are a kind of tackifiers, such as rosin ester resin, terpene resin, terpene phenol resin, and cumarone indene resin, or two sorts or more. These are made into a subject. In compatibility or the range distributed micro Styrene isoprene styrene resin, Styrene styrene-butadiene-rubber resin, hydrogenation styrene isoprene styrene resin, hydrogenation styrene styrene-butadiene-rubber resin, polyisoprene rubber, hydrogenation polyisoprene rubber, polyester resin, an epoxy resin, etc. can be used together.

[0009] The moisture hardening form hot melt adhesive of this invention is obtained by blending the tackifier of per [100] alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section - the 500 mass sections.

[0010] The cohesive force of an adhesives layer runs short of the amounts of the tackifier per alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section under in the 100 mass sections, and bond strength sufficient by the ordinary state is not discovered. On the other hand, if the 500 mass sections are exceeded, the brittleness under the low temperature of an adhesives layer will worsen.

[0011] The moisture hardening form hot melt adhesive of this invention can be manufactured by performing the dissolution or distributed mixing, removing the moisture which exists said alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxypropylene and said tackifier in a raw material at the temperature of 100-200 degrees C. In addition, although removal of moisture can be performed by heating and stirring at the temperature of 100 degrees C or more, it is desirable to carry out especially under the circulation condition of inert gas, such as nitrogen gas and carbon dioxide gas, or reduced pressure. In the case of the former, the exclusion effectiveness of the oxidation degradation of adhesives can also be done so. Even if it carries out under reduced pressure, circulating inert gas, of course, it does not interfere.

[0012] When mixing at the temperature of less than 100 degrees C, the dissolution or distributed mixing of alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxypropylene, a tackifier, etc. not only takes long duration, but removal of moisture may become inadequate under reduced pressure. On the other hand, although the dissolution or distribution becomes easy in mixing at the high temperature exceeding 200 degrees C, the pyrolysis of dissolution mixture becomes remarkable and there is also concern which spoils a fluidity by gelation.

[0013] In the moisture hardening form hot melt adhesive of this invention, fillers, such as a silica, a kaolin, talc, and a calcium carbonate, a phthalic-acid system plasticizer, an adipic-acid system plasticizer, a phosphoric acid system plasticizer, liquid rubber, process oil, extender oil, etc. can be added for the improvement of the flowability at the time of adhesive ability or melting.

[0014] Moreover, to the moisture hardening form hot melt adhesive of this invention in order to promote hardening of alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene Diabutyltin dilaurate, Dibutyltin malate, Dibutyltin diacetate, Organic tin compounds, such as Dibutyltin acetylacetonate, tetrabutyltin acetate, Organic titanium compounds, such as tetra-propyl titanate, aluminum thioricetyl acetate, Organometallic compounds, such as organoaluminum compounds, such as aluminum-triethyl acetate and JISOPUROPOKISHI aluminum ethyl acetate, can be added as a curing catalyst. It is desirable to use 0.1 - 5 mass section to the alkyl dialkoxysilyl radical content polyoxyalkylene 100 mass section.

[0015] Furthermore, it is desirable to be able to add silane coupling agents, such as vinyltrimethoxysilane, N-(beta-aminopropyl)-gamma-aminopropyl dimethoxysilane, gamma-aminopropyl trimethoxysilane, and gamma-aminopropyl triethoxysilane, to the moisture hardening

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje

2006/09/21

[0022]

[Table 2]

| 試料名 | 鉄板とキャンバス | | | PP板とキャンバス | | |
|-------|----------|------|------|-----------|------|------|
| | 常温強度 | 耐熱強度 | 耐老化性 | 常温強度 | 耐熱強度 | 耐老化性 |
| 実施例 1 | 31.2 | 9.4 | ○ | 11.9 | 6.2 | ○ |
| 実施例 2 | 47.2 | 24.7 | ○ | 24.8 | 12.2 | ○ |
| 実施例 3 | 59.0 | 28.8 | ○ | 44.3 | 17.5 | △ |
| 比較例 1 | 5.6 | 2.8 | △ | 4.5 | 2.6 | × |
| 比較例 2 | 48.8 | 21.3 | × | 30.4 | 15.2 | × |

[0023] Except having replaced with example 4KE-601 and having used YS-2130 (Yasuura Chemical terpene phenol resin), like the example 2, it was transparent and the result which prepares the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 19,400mPa.s, and shows it in Table 3 using the obtained moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained.

[0024] Except having replaced with example 5KE-601 and having used KE-100 (hydrogenation rosin resin by the Arakawa chemical-industry company), it was transparent like the example 3 and the result which prepares the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 9,300mPa.s, and shows it in Table 3 using the obtained moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained.

[0025] Except having replaced with example 6KE-601 and having used the neo polymer 120 (petroleum resin by the Nippon Oil chemistry company), it was transparent like the example 2 and the result which prepares the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 7,320mPa.s, and shows it in Table 3 using the obtained moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained.

[0026] The result which prepares the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 3,800mPa.s which became cloudy in homogeneity, and shows it in Table 3 like an example 2 using the obtained moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained except having replaced with example 7KE-601 and having used KR-1840 (hydrogenation petroleum resin diol by the Arakawa chemical-industry company).

[0027]

[Table 3]

| 試料名 | 鉄板とキャンバス | | | PP板とキャンバス | | |
|-------|----------|------|------|-----------|------|------|
| | 常温強度 | 耐熱強度 | 耐老化性 | 常温強度 | 耐熱強度 | 耐老化性 |
| 実施例 4 | 38.7 | 22.5 | ○ | 24.3 | 12.8 | ○ |
| 実施例 5 | 72.4 | 40.8 | ○ | 51.9 | 20.4 | ○ |
| 実施例 6 | 57.7 | 36.6 | ○ | 48.2 | 26.5 | ○ |
| 実施例 7 | 43.0 | 26.7 | ○ | 31.1 | 14.4 | ○ |
| 実施例 8 | 62.9 | 34.6 | ○ | 51.2 | 30.3 | ○ |

[0028] Example 8KE-601 It replaces with the 250 mass sections and is KE-801. The result which prepares the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 5,580mPa.s, and shows it in Table 3 using the obtained moisture hardening form hot melt adhesive of having excelled was obtained except having used the 150 mass sections and the styrene resin 3100 (product made from **ized HAKYURESU) 100 mass section.

[0029] Except having made the melting temperature of KE-601 to example of comparison 3SAT350 into 250 degrees C, although carried out like the example 1, it thickened remarkably 1 hour after, and stirring became difficult and stopped.

[0030] Although the dissolution of KE-601 to example of comparison 4SAT350 was performed

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje

2006/09/21

like the example 1 at 80 degrees C except having carried out heating stirring for 8 hours, as shown in Table 4, the moisture hardening form hot melt adhesive of melt viscosity 1,850mPa.s was obtained. Although the result of having measured the melt viscosity in 80 degrees C of 4 hours, 8 hours, and 24 hours after about these adhesives was shown in Table 4, since moisture remained, it turned out that melt viscosity is changed sharply and there is no storage stability. In addition, although the result similarly measured about the moisture hardening form hot melt adhesive prepared in each example for reference was shown in Table 4, there was little change of melt viscosity.

[0031]

[Table 4]

| | 初期 | 4 時間後 | 8 時間後 | 24 時間後 |
|-------|--------|--------|--------|--------|
| 比較例 4 | 1,850 | 4,740 | 8,550 | 38,600 |
| 実施例 1 | 1,950 | 1,960 | 2,000 | 2,010 |
| 実施例 2 | 4,370 | 4,340 | 4,380 | 4,390 |
| 実施例 3 | 8,120 | 8,150 | 8,200 | 8,220 |
| 実施例 4 | 19,400 | 19,900 | 20,200 | 20,250 |
| 実施例 5 | 9,300 | 9,340 | 9,270 | 9,400 |
| 実施例 6 | 7,320 | 7,310 | 7,400 | 7,390 |
| 実施例 7 | 3,800 | 3,770 | 3,830 | 3,870 |
| 実施例 8 | 5,580 | 5,550 | 5,610 | 5,640 |

[0032]

[Effect of the Invention] It can apply to adherend easily at the low temperature of 100 degrees C or less, and can paste up, the moisture in air is absorbed, hardening progresses, and the moisture hardening form hot melt adhesive of this invention discovers structure reinforcement. In addition, a good adhesive property is shown also to the polyolefine ingredient like polypropylene.

[Translation done.]